

CEM 密闭微波消解系统 (MARS6) 操作规程

- 1、开机后及每次运行方法前，先确认各种传感器是否工作正常。
- 2、称样：在密闭容器中消解样品，可能有潜在的危險，因此在实验初期对不明样品应通过颜色和嗅觉感知鉴别样品的特性，是否易燃、易挥发，并且严格控制样品量。按如下准则：消解有机样品应限制在 ≤ 0.5 克 / 容器，无机样品应限制在 ≤ 1.0 克 / 容器。

注意事项：

- ① 不熟悉的样品消解时称样量应严格的限制在：0.5 克以内。
- ② 称样量应尽量保持一致。
- ③ 在同一批反应中，不可同时混用不同型号的反应罐。
- ④ 加样时不要使样品沾在容器壁上，如沾附请用溶剂或去离子水洗入溶液内。

- 3、加酸：消解时溶剂量至少为 8ml 酸 ($8\text{ml} < \text{溶液总体积} < 30\text{ml}$) 。

注意事项：

- ① 同一批反应中不可同时使用不同的试剂体系（同一批反应必须使用相同的酸或溶剂）。
- ② 溶剂的选择：消解时对 HNO_3 , HCl , HF 的使用无限制； H_2SO_4 , H_3PO_4 会产生高温，使用时应该有严格的温控； HClO_4 在密闭容器中使用有很大的危险性，禁止使用。

- 4、容器安装：

① 反应罐密封：严格确认反应罐的螺帽是否已经拧紧。

② 保证每个内衬罐都已安装好外壳保护套，同时保证保护套为干燥状态。

③ CEM 仪器均为自动功率输出，但仍应注意功率与消解罐数的匹配关系，一般原则：8-12 (1000-1200W)；12-16 (1200-1400W)；16-20 (1400-1600W)；20-24 (1600-1800W)。

- 5、载入方法 Classic method 或编辑/创建方法 edit/creative method —→ 选择方法（或新方法） —→ 选择样品形式 (Organic) —→ 选择控制模式 (RAMP TO TEMPERATURE) —→ 设定反应

方法(最大功率、爬坡时间、目标温度、保持时间) → 方法命名
→ 填写实验备忘(可省略) → 保存方法。

6、摆放消解罐：

为了规范仪器的操作，应保证反应罐对称放置于转盘上。反应罐按照安放图安装好后，将转盘安放于仪器腔体中。为减少多模微波场的影响，每批反应罐数应 ≥ 8 罐。

7、按 star/pause 键开始消解程序

8、消解过程中如发现有异常现象按 star/pause 键即可暂停程序，再次按下 star/pause 键继续；按 stop 键停止消解。

9、消解程序完成后，仪器自动进入冷却过程。

10、最后进行相关后续操作，包括赶酸、转移、定容等。

11、关机：待反应结束 15 分钟后再关机。

注意：开关机间隔至少一分钟。